

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-302166

(43)Date of publication of application : 24.10.2003

(51)Int.Cl.

F27B 5/04
C04B 35/64
F27B 5/14
F27B 5/16
F27D 11/12

(21)Application number : 2002-109129

(71)Applicant : DENSO CORP
TAKASAGO IND CO LTD

(22)Date of filing : 11.04.2002

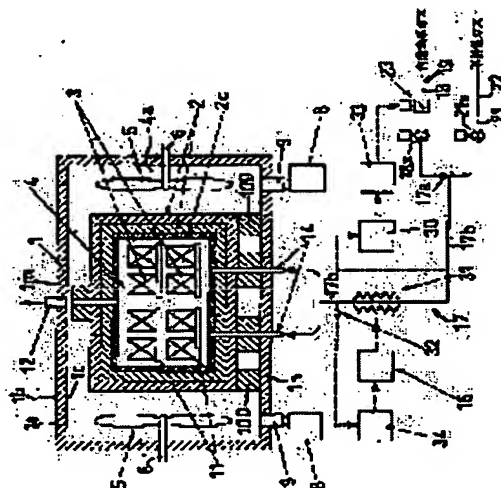
(72)Inventor : OKUMURA WAHEI
KAGOHASHI AKIRA
NISHIO AKIRA

(54) MICROWAVE BAKING FURNACE AND METHOD OF MICROWAVE BAKING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a microwave baking furnace and a method of microwave baking capable of controlling the density of oxygen in the microwave baking furnace and controlling burning of carbon and carbide caused by an organic binder, effective in reducing the degreasing process for removing the organic binder from the baked substance.

SOLUTION: The microwave baking furnace comprises microwave heating means 8 and 9 and a furnace chamber 4 for storing the baked substance 3 including the organic binder. A carrier gas, which includes oxygen and whose oxygen density is lower than air, is introduced from a carrier gas introducing pipe 14 for inhibiting burning of the organic binder of the baked substance 3.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

19.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The microwave firing furnace with which it is the microwave firing furnace equipped with the furnace room in which the calcinated object which is equipped with a microwave heating means and contains an organic binder is held, and an oxygen density is characterized by having carrier gas installation tubing which introduces the carrier gas which controls combustion of a ***** organic binder low rather than air while oxygen is included.

[Claim 2] The microwave firing furnace characterized by establishing a gas supply means by which an oxygen density supplies the carrier gas which controls combustion of a ***** organic binder low to carrier gas installation tubing rather than air in claim 1 while oxygen is included.

[Claim 3] The microwave firing furnace characterized by setting to claim 1 or claim 2, and forming a heating means to heat said carrier gas in the temperature region where said organic binder is disassembled or removed at least.

[Claim 4] The microwave firing furnace characterized by establishing a heating means to heat said carrier gas in any 1 term of claim 1 - claim 3 before said carrier gas contacts the calcinated object of said furnace interior of a room.

[Claim 5] It is the microwave firing furnace characterized by setting up the oxygen density of said carrier gas to 2% - 16% by the volume ratio in any 1 term of claim 1 - claim 4.

[Claim 6] The microwave firing furnace characterized by establishing the control means which controls the oxygen density of said carrier gas to adjustable in any 1 term of claim 1 - claim 5.

[Claim 7] It is the microwave firing furnace characterized by serving as the burner introduced to said furnace interior of a room while said carrier gas installation tubing burns said carrier gas in any 1 term of claim 1 - claim 6.

[Claim 8] The microwave baking approach which is characterized by an oxygen density introducing carrier gas lower than air into said furnace interior of a room while oxygen is included in the temperature region which performs combustion or removal of said organic binder at least in holding the calcinated object containing an organic binder in the furnace interior of a room of a microwave firing furnace, and calcinating.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the microwave firing furnace and the microwave baking approach of irradiating microwave at calcinated objects, such as a ceramic ingredient containing an organic binder.

[0002]

[Description of the Prior Art] The baking approach of the calcinated object containing an organic binder has the cleaning process which removes the organic binder contained in the calcinated object, and the baking process which makes a calcinated object heat and sinter at an elevated temperature after that one by one in connection with a temperature up. Carrier gas is for conveying the gasification object of the organic binder generated from a calcinated object etc., is required for the cleaning process which removes an organic binder from a calcinated object, and, generally is not needed at the sintering process which is degree process.

[0003] By the way, as usual ceramic ingredients, such as tableware and a tile, in order to raise a moldability, clay is used. Moreover, with ceramic ingredients, such as fine ceramics which give high efficiency to a calcinated object, in order to raise a moldability, instead of clay, an organic binder is used in many cases. In this case, generally the organic binder contained in the calcinated object is disassembled into carbon, carbide, and a gasification object with heating. Although carbide remains inside the base of a calcinated object, when a gasification object once volatilizes, and burns and a part with the low temperature of a calcinated object exists, it has a possibility that some gasification objects may solidify on the front face of a calcinated object.

[0004] Carbon and carbide which remained in the matter solidified on the front face of a calcinated object and a calcinated object burn, and a debinder, i.e., cleaning, is completed as burning temperature rises. It is said that disassembly of an organic binder begins from about 170 degrees C, and is generally mostly completed at about 450 degrees C. Generally, combustion of carbide begins from about 450 degrees C, and is mostly completed at about 600 degrees C.

[0005] The above-mentioned organic binder is easy to generate the following faults, in order to decompose into carbon, carbide, and a gasification object with heating, although a moldability can be raised.

[0006] 1. The gas which the organic binder decomposed and generated burns. In this case, the temperature of the part which burned may rise locally, the temperature gradient in a calcinated object may become large, and faults, such as a crack and deformation, may occur in a calcinated object.

[0007] 2. It may solidify on the front face of a calcinated object, this may become a factor, and faults, such as a crack and deformation, may generate the gas which the organic binder decomposed and generated in a calcinated object.

[0008] 3. Carbon and carbide which remained inside the base of a calcinated object burn, the temperature of the part which burned rises locally, the temperature gradient in a calcinated object becomes large, and a crack and deformation occur in a calcinated object.

[0009] The following cure is mentioned as a cure to the above-mentioned fault.

[0010] 1. In the microwave heating which generally irradiates microwave at a calcinated object, there is an inclination for the temperature inside a calcinated object to tend to rise compared with the peripheral face of a calcinated object, as compared with other heating methods. For this reason, the absorption coefficient of microwave is equivalent to a calcinated object, or makes quality of refractory material which holds a calcinated object among the furnace walls which form a furnace room and which constitutes a wall most the bigger quality of refractory material than a calcinated object. This heats the front face of a calcinated object using ***** from the quality of refractory material which holds a calcinated object and which constitutes a wall most, and the approach of reducing the temperature gradient of the interior of a calcinated object and a front face is adopted.

[0011] However, in the total-temperature region which removes an organic binder only as this cure, it is difficult to abolish the temperature gradient of a calcinated object completely.

[0012] 2. By the policy which introduces carrier gas into the furnace room of a firing furnace, since the part which is easy to contact carrier gas among the calcinated objects of the furnace interior of a room is cooled, the temperature gradient of a calcinated object will become large. For this reason, the approach of introducing in a furnace the carrier gas heated to the same extent as the temperature of the furnace interior of a room is taken. By this approach, since the gas which the organic binder decomposed can be conveyed outside a furnace with carrier gas, the fault which the gas which the organic binder decomposed solidifies on the front face of a calcinated object is solvable. However, combustion of the part which air tends to contact among calcinated objects as carrier gas is air (oxygen density: volume ratio about 21%) will be promoted. For this reason, there is fault to which the temperature gradient of the interior of a calcinated object and a front face becomes large.

[0013] Furthermore, when carrier gas is inert gas, such as nitrogen gas, it becomes inadequate burning [of the carbon or carbide which remain in a calcinated object], and removal by combustion of carbon or carbide becomes difficult. For this reason, in the sintering process which is a back process of the removal process (it is called a cleaning process) of an organic binder, carbon and carbide burn, a rapid temperature rise occurs, and there are a deal of possibilities that the temperature control in the baking process which is an important process may fully become impossible, and may become the crack of a calcinated object and the factor of deformation.

[0014] In order to cancel the above fault, at the cleaning process which removes an organic binder from a sintered object, it is indispensable to carry out a temperature up slowly, and as a result, the advantage using a microwave oven with an early programming rate will not necessarily be able to be demonstrated fully, but it will take the time amount which removes an organic binder from a sintered object.

[0015] When the large calcinated object (for example, honeycomb catalyst support of an exhaust gas purification catalyst) of appearance ***** was calcinated or the temperature gradient of a calcinated object was easy to be generated like [such an inclination has large surface area like especially a honeycomb configuration, and] the case so that the calcinated object of a thin tabular object may be calcinated in piles two or more sheets, it had generated notably.

[0016]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The oxygen density in a microwave firing furnace can be stopped by making this invention in view of the above-mentioned actual condition, and stopping the oxygen density of the carrier gas introduced in a microwave firing furnace, combustion of the carbon and the carbide resulting from an organic binder can be controlled, and it is in making into a technical problem to offer a microwave firing furnace advantageous to shortening as a result the time amount of the cleaning process which removes an organic binder from a sintered object, and the microwave baking approach.

[0017]

[Means for Solving the Problem] The microwave firing furnace concerning this invention is a microwave firing furnace equipped with the furnace room in which the calcinated object which is equipped with a microwave heating means and contains an organic binder is held, and it is characterized by an oxygen density having carrier gas installation tubing which introduces the carrier gas which controls combustion of a ***** binder low rather than air while it contains oxygen.

[0018] In holding the calcinated object containing an organic binder in the furnace interior of a room of a microwave firing furnace, and calcinating, in the temperature region which performs combustion or removal of an organic binder at least, the microwave baking approach concerning this invention is characterized by an oxygen density introducing carrier gas lower than air into the furnace interior of a room while it contains oxygen.

[0019] Since carrier gas contains oxygen, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is performed. However, as compared with the case where only air is used for this carrier gas as carrier gas since the oxygen density is lower than air, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is controlled in a cleaning process. For this reason, it controls that carbon and carbide burn in the sintering process which is an important process carried out after the cleaning process of an organic binder, and it is controlled that a local rapid temperature rise occurs in a calcinated object. For this reason, according to this invention, the temperature control in a baking process can be performed good, and the crack of a calcinated object, deformation, etc. can be controlled.

[0020] That is, if the oxygen density of carrier gas is high, carbon and carbide which remain in a calcinated object will burn violently, and will carry out a temperature up rapidly. Then, according to this invention, the temperature gradient generated in a calcinated object is reduced by reducing an oxygen density, although oxygen is included in carrier gas, and controlling the combustion reaction of the early location of combustion among calcinated objects.

[0021]

[Embodiment of the Invention] According to this invention, carrier gas installation tubing introduces into a furnace room the carrier gas with which an oxygen density controls combustion of a ***** binder lower than air, although oxygen is included. Combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder can be controlled conveying the evapotranspiration component of the organic binder generated from the calcinated object by this etc. out of a furnace. Therefore, according to this invention, the gestalt in which a gas supply means to supply the carrier gas which an oxygen density is lower than air and controls combustion of a ***** binder to carrier gas installation tubing is formed is employable. A gas supply means can have a supply means by which an oxygen density supplies low gas (argon gas or nitrogen gas, nitrogen enrichment gas) to carrier gas installation tubing, excluding an oxygen containing gas supply means to supply oxygen containing gas, such as air, to carrier gas installation tubing, and oxygen.

[0022] According to this invention, the gestalt with which a heating means to heat carrier gas is formed in the temperature region where an organic binder is disassembled or removed at least is employable. As a heating means, especially a heating method is not limited but can adopt an electric heater, a burner, etc. Considering as carrier gas installation tubing and another object can also unify a burner.

[0023] According to this invention, before carrier gas contacts the calcinated object of the furnace interior of a room, the gestalt in which a heating means to heat carrier gas is formed is employable. As a heating means, an electric heater, a burner, etc. are employable like the above-mentioned. Moreover, according to this invention, the gestalt which serves as the burner introduced to the furnace interior of a room can be used for carrier gas installation tubing, burning carrier gas.

[0024] According to this invention, the gestalt especially set up to 2% - 16% can be used for the oxygen density of carrier gas 0.5 to 16% by the volume ratio. If an oxygen density is superfluously low, combustion of carbon or carbide will be delayed. If an oxygen density is superfluously high, combustion of carbon or carbide will be too early and will be easy to generate the local temperature rise of a calcinated object. In consideration of the above-mentioned point, as an oxygen density of carrier gas, 2 - 16% is desirable at a volume ratio, and the oxygen density of carrier gas can be set up to 2 - 10%, 3% - 15%, and 4 - 14% if needed by the volume ratio.

[0025] According to this invention, along with advance of a cleaning process which removes an organic binder, the oxygen density of carrier gas can be changed from a calcinated object. The oxygen density of carrier gas can be reduced as the cleaning process which removes an organic binder from a calcinated object specifically advances. In this case, when the structure reinforcement of a calcinated object is weak, the destruction-by-fire rate of carbon or carbide is delayed, and since the contraction rate of the calcinated object generated as a result is made late, the advantage which can aim at improvement of a safety factor to a crack or deformation is acquired.

[0026] Moreover, the oxygen density of carrier gas can be made to increase as the cleaning process which removes an organic binder from a calcinated object advances conversely. In this case, the increment in **** in which the thermal load to a calcinated object fell by reduction of the combustion component in a calcinated object, and an oxygen density is possible, this leads to improvement in a programming rate, and the advantage which can aim at compaction of firing time as a whole is acquired.

[0027] According to this invention, the gestalt in which control means, such as a control valve which controls the oxygen density of carrier gas to adjustable, are prepared is employable. As a control means, the method which controls at least one side of the supply flow rates per unit time amount of a supply means by which an oxygen density supplies low gas (argon gas or nitrogen gas, nitrogen enrichment gas) to carrier gas installation tubing, excluding the supply flow rate per unit time amount of an oxygen containing gas supply means to supply oxygen containing gas, such as air, to carrier gas installation tubing, and oxygen is employable. Drawing 3 R> 3 shows an example of a calcinated object, and it is the catalyst support of an exhaust gas purification catalyst, and has much pore 3x, and surface area is enlarged very much. In addition, a calcinated object may not be limited to catalyst support and other things are sufficient as it.

[0028]

[Example] Hereafter, the example of this invention is concretely explained with reference to drawing 1. Drawing 1 shows a firing furnace. A furnace shell 1 has heat insulator 1a of the stainless steel plates 1b and 1c which consisted of dual structure, and the refractory material arranged between stainless steel plate 1b of dual structure, and 1c. The door is prepared in the side face in which a firing furnace is not illustrated, and the calcinated object 3 to the furnace room 4 is replaced. The furnace room 4 as a baking room is formed in the center section of the furnace shell 1. The heat insulator 2 which divides the furnace room 4 is formed by internal insulation with the low absorption coefficient of microwave. This heat insulator 2 is arranged on the refractory material 100 formed

with the ingredient (porous quality of an alumina) with the low absorption coefficient of the microwave installed on 1n of partes basilaris ossis occipitalis of a furnace shell 1.

[0029] The diffusion fan 5 as a diffusion means is formed in space 4a between the side attachment wall of a furnace shell 1, and the furnace room 4. The diffusion fan's 5 shaft 6 is installed in the condition of having pierced through the furnace shell 1.

[0030] The waveguide 9 prolonged from the microwave transmitter 8 outside a furnace is formed in said space 4a. A waveguide 9 irradiates microwave. In addition, microwave penetrates the heat insulator 2 with the low absorption coefficient of the microwave of the furnace room 4, and is irradiated by the baking object 6.

[0031] The bad heat insulator 2 of absorption of the microwave which forms the furnace room 4 is formed by two or more layers, and consists of the fireproof high quality of the materials toward the interior. As for layer 2c of the innermost part of a heat insulator, the absorptivity of microwave consists of a calcinated object 3, an EQC, or refractory material beyond it (inside liner).

[0032] On the fireproof shelf board 11 as a maintenance means formed in the interior of the furnace room 4, the calcinated object 3 of plurality or an unit is loaded. The gas exhaust 12 in a furnace which leads to the exterior of a furnace shell 1 is established in 1m of head-lining sections of a furnace shell 1. Two or more carrier gas installation tubing 14 which leads to the exterior of a furnace shell 1 is formed in 1n of partes basilaris ossis occipitalis of a furnace shell 1. The tip of the carrier gas installation tubing 14 is open for free passage in the furnace room 4. Control controls the heating output by the microwave which the comparison operation of measured value and the set point is carried out by the controller, and the output of the microwave transmitter 8 is controlled by the deflection signal, as a result is irradiated from a waveguide 9 based on the detection temperature from the temperature sensor of the figure abbreviation established in the furnace room 4 whenever [furnace temperature / of the furnace room 4]. The microwave transmitter 8 and a waveguide 9 constitute a microwave heating means.

[0033] As shown in drawing 1, the carrier gas installation tubing 14 is formed in the pars basilaris ossis occipitalis of a furnace shell 1. The introductory path 17 which introduces carrier gas has a supply means 19 to have the oxygen containing gas installation way 18 which supplies oxygen containing gas, and a supply means 22 to have the inert gas installation way 21 which supplies inert gas (nitrogen gas, argon gas) in the carrier gas installation tubing 14. A control valve 23 is formed in the oxygen containing gas installation way 18, and flowmeter 18x which detect the flow rate of the oxygen containing gas (air etc.) which flows the oxygen containing gas installation way 18 are prepared in the lower stream of a river of a control valve 23. Although the control valve is not prepared in the inert gas installation way 21, flowmeter 21x which detect the flow rate of the inert gas which flows the inert gas installation way 21 are prepared.

[0034] In the introductory path 17, the oxygen containing gas (air etc.) from the oxygen containing gas installation way 18 and the inert gas from the inert gas installation way 21 joined by unification section 17a, were set to unification path 17b, and are connected to the carrier gas installation tubing 14. The temperature sensor 32 (carrier gas temperature detection means) which detects the temperature of the heater 31 (heating means) which heats the oxygen analyzer 30 (carrier gas oxygen density measurement means) which samples the oxygen density of the carrier gas which flows the middle of unification path 17b, and the carrier gas which flows unification path 17b, and the carrier gas which flows unification path 17b is formed.

[0035] (Control of the oxygen density in carrier gas) The carrier gas which flows unification path 17b is sampled by the oxygen analyzer 30. Namely, as for the carrier gas which flows unification path 17b, an oxygen density is measured by the oxygen analyzer 30. By the oxygen controller 33, the comparison operation of the set point of an oxygen density and the measured value of an oxygen density is carried out, and the control valve 23 of the oxygen containing gas path 18 operates based on the deflection signal. Therefore, a control valve 23 can function as a control means which makes the oxygen density of carrier gas adjustable. That is, when the oxygen density of the carrier gas which flows unification path 17b is lower than target concentration, the opening of a control valve 23 is made to increase and the oxygen density of the carrier gas introduced into the furnace room 4 is raised. On the other hand, when the oxygen density of the carrier gas which flows unification path 17b is higher than target concentration, the opening of a control valve 23 is decreased or closed, and the oxygen density of the carrier gas introduced into the furnace room 4 is reduced. It has composition which maintains at constant value or a fixed region the oxygen density of the carrier gas blown into the furnace room 4 with the carrier gas installation tubing 14 by this.

[0036] (Control of the temperature of carrier gas) A temperature sensor 32 measures the temperature signal of the carrier gas which flows unification path 17b. And a temperature controller 34 carries out the comparison operation of the measured value and the set point about temperature of the carrier gas which flows unification path 17b, and the heating output of a heater 31 is made to control through an inverter 16 based on the deflection signal.

[0037] That is, when the temperature of the carrier gas which flows unification path 17b is lower than target temperature, the heating output at a heater 31 is made to increase, and the temperature of carrier gas is raised. On the other hand, when the temperature of the carrier gas which flows unification path 17b is higher than target temperature, it supposes [whether the heating output of a heater 31 is reduced, and] that it is off, and the temperature of carrier gas is reduced. This has composition which maintains at constant value or a fixed region the temperature of the carrier gas blown into the furnace room 4 from the carrier gas installation tubing 14.

[0038] the same [whenever / said furnace temperature / which was carried out] in the set point of a controller (not shown), and the set point with a temperature controller 34, when maintaining the temperature of carrier gas to the same temperature as whenever [furnace temperature / of the furnace room 4] – or what is necessary is just to make it approximate What is necessary is to expect the amount of descent of the temperature of carrier gas, and just to give allowances to the set point of a temperature controller 34, when a temperature reduction until carrier gas reaches in the furnace room 4 is intense.

[0039] What is necessary is for the oxygen density of carrier gas to change with the amount of the organic binder contained in the calcinated object 3, the magnitude of the calcinated object 3, and thermal properties of the calcinated object 3, and just to change it suitably according to conditions. That is, the oxygen density of carrier gas can be changed by 2% - 16% of within the limits by the volume ratio.

[0040] Since carrier gas contains oxygen, according to this example, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is performed so that he can understand from the above explanation. However, as compared with the case where only air is used for this carrier gas as carrier gas since the oxygen density is lower than air, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is controlled in a cleaning process. That is, at a cleaning process, carbon and carbide resulting from an organic binder can be burned, without generating a local rapid temperature rise in the calcinated object 3. For this reason, as a result, the time amount of the cleaning process which removes an organic binder from the calcinated object 3 can be shortened.

[0041] In addition, in the case of the example shown in drawing 1, the control valve is not prepared in the inert gas installation way 21. Although the flow rate of the oxygen containing gas per unit time amount which makes the inert gas supplied to the carrier gas installation tubing 14 per unit time amount regularity or a fixed region, and flows the oxygen containing gas installation way 18 is controlled by this example by the control valve 23, it is not restricted to this. That is, the flow rate per unit time amount of the oxygen containing gas which flows the oxygen containing gas installation way 18 may be made into regularity or a fixed region, the control

valve of figure abbreviation may be prepared in the inert gas installation way 21, and the flow rate per unit time amount of the inert gas which flows the inert gas installation way 21 may be controlled to adjustable.

[0042] Furthermore, when the absolute magnitude of a flow rate is important, a control valve 23 is prepared for the both sides of the oxygen containing gas installation way 18 and the inert gas installation way 21, and while controlling to adjustable the flow rate per unit time amount of the oxygen containing gas (air etc.) which flows the oxygen containing gas installation way 18, the flow rate per unit time amount of the inert gas which flows the inert gas installation way 21 may be controlled to adjustable.

[0043] In addition, when an oxygen density uses beforehand the gas set as the desired oxygen density, control of an oxygen density which was described above can also be made unnecessary, and the gas by which the oxygen density was stopped can also be considered as control of only the oxygen containing gas installation way 18 blowing off.

[0044] (Example of a trial) The example of a trial was performed using the microwave firing furnace shown in drawing 1. In this example of a trial, the temperature which sinters the calcinated object 3 is 1400 degrees C. However, in the baking process to 700 degrees C, since defects produced in the calcinated object 3, such as a crack and deformation, became clear, heating to 700 degrees C was performed in the example of an exam.

[0045] In this example of a trial, the microwave firing furnace shown in drawing 1 was used. Layer 2c by the side of the innermost [of the heat insulator which constitutes the furnace room 4] was taken as the ingredient which coated the coating material containing SiC on the surface of the heat insulator. In this example of a trial, as a calcinated object 3, the diameter used phi103mm and, as for 130mm, cel pitch 0.85mm, the cell thickness of 0.06mm, and the quality of the material, height used the honeycomb configuration object of the quality of a cordylite. The calcinated object 3 is ceramic catalyst support used for an exhaust gas purification catalyst.

[0046] In this example of a trial, the oxygen density of carrier gas was variously controlled by the volume ratio by 0.5% - 16% of within the limits, using the mixed gas of air and nitrogen as carrier gas. Furthermore, the oxygen density of carrier gas was examined also about the case where 16% is exceeded. And the air always heated even to temperature equivalent to whenever [furnace temperature] was introduced into the furnace room 4. In this example of a trial, the temperature up even of the ordinary temperature - 700 degree C was carried out to the linear as temperature up temperature. The test result when changing the oxygen density of carrier gas was as being shown in Table 1.

[0047]

[Table 1]

	キャリア ガスの酸素 濃度 (%)	700℃まで 欠陥が発生しない 加熱時間 (h)	素地中の炭素	評価
①	0.5~2	8	若干認められる	○
②	2~4	4	認められず	◎
③	4~6	3	認められず	◎
④	8~10	4.5	認められず	◎
⑤	14~16	6.5	認められず	◎

[0048] As shown in Table 1, when the oxygen density of carrier gas was less than 0.5 - 2% in a volume ratio, the oxygen density of carrier gas was less than 2 - 4%, the oxygen density of carrier gas was 4 - 6% and the oxygen density of carrier gas was 8 - 10%, also in any in case the oxygen density of carrier gas is 14 - 16%, the cleaning process was good. However, although the oxygen density of the test result of carrier gas was good at less than 2%, the carbon in the base of the calcinated object 3 will be accepted a little, time amount will be needed for carbonaceous removal, and the time amount of a debinder will become long. When the oxygen density of carrier gas exceeded 16%, as compared with the case where an oxygen density is 2 - 16%, it became close to the condition which shows in the example of a comparison, and remarkable effectiveness was not able to be expected.

[0049] As shown in Table 1, when the oxygen density of carrier gas was less than 0.5 - 2% in a volume ratio, a defect did not produce heating time in 8 hours, then a calcinated object. When the oxygen density of carrier gas was 2 - 4% in a volume ratio, a defect did not produce heating time in 4 hours, then a calcinated object. When the oxygen density of carrier gas was 4 - 6% in a volume ratio, a defect did not produce heating time in 3 hours, then a calcinated object. When the oxygen density of carrier gas was 8 - 10% in a volume ratio, a defect did not produce heating time in 4.5 hours, then a calcinated object. When the oxygen density of carrier gas was 14 - 16% in a volume ratio, a defect did not produce heating time in 6.5 hours, then a calcinated object. If the above-mentioned test result is taken into consideration, in order to suppress the defect of a calcinated object, attaining shortening of heating time, 2 - 16% has the desirable oxygen density of carrier gas at a volume ratio. It can be said that it is especially desirable 2 to 10%.

[0050] In addition, in calcinating a thin tabular object in piles like an alumina substrate, there is a carrier gas oxygen density which is suitable with thickness (piled-up condition). When a tabular object was accumulated five sheets, as for the oxygen density of carrier gas, effectiveness was most acquired at 12% - 16%. In accumulating a tabular object, the amount of binders contained in the baking object because thickness increases increases. Therefore, in order to stop the catabolic rate of too much binder, it is imagined as what has effective making the oxygen density of carrier gas low. In addition, when a tabular object was accumulated ten sheets, as for the oxygen density of carrier gas, effectiveness was most acquired at 4% - about 6%.

[0051] (Example of a comparison) Layer 2c by the side of the innermost [of the heat insulator which constitutes the furnace room 4] coated the coating material containing SiC with the example of a comparison on the surface of the heat insulator using the microwave firing furnace shown in drawing 1. Furthermore, in the example of a comparison, as carrier gas, it considered as air (volume ratio oxygen density : about 21%), and the air always heated even to temperature equivalent to whenever [furnace temperature] was introduced into the furnace. It was presupposed that it is the same as that of the above-mentioned example of a trial as a calcinated

object 3. It was presupposed that it is the same as that of the example of a trial which also described the programming rate above. As firing time, firing time was shortened one by one from 15 hours.

[0052] As a test result of the example of a comparison, as shown in Table 2, in a cleaning process, heating time is 0% in 15 hours and 12 hours, and neither the crack of a calcinated object nor deformation generated the crack incidence rate. However, in the example of a comparison, when heating time became shorter than 12 hours, the small crack occurred on the top face or inferior surface of tongue of honeycomb support. For example, heating time increased the crack incidence rate with 2% in 10 hours, and the small crack had occurred on the top face or inferior surface of tongue of honeycomb support.

[0053] Long duration could be sharply shortened, although the organic binder was heat-treated in the former so that he could understand from the above explanation.

[0054] In addition, even if it always does not make regularity the oxygen density in the cleaning process which removes an organic binder, it can also be changed to the optimal oxygen density one by one according to the property of an organic binder.

[0055]

[Table 2]

比較例			
	キャリア ガスの酸素 濃度 (%)	700℃まで 欠陥が発生しない 加熱時間 (h)	クラック 発生率 (%)
①	21	15	0
②	21	12	0
③	21	10	2

[0056] (in addition to this) Although the heater 31 of an electric type was used as a heating means to heat carrier gas, in the example shown in drawing 1, it is not restricted to this and the method burned by the burner may be used.

[0057] The example shown in drawing 2 is the same configuration as fundamentally as the above mentioned example. Also in this example, the introductory path which introduces carrier gas to the carrier gas installation tubing 14 has a supply means 19 to have the oxygen containing gas installation way 18 which supplies oxygen containing gas (air etc.), a supply means 22 to have the inert gas installation way 21 which supplies inert gas (nitrogen gas, argon gas), and a supply means 51 have the fuel gas installation way 50 which supplies fuel gas (for example, LPG gas).

[0058] Fuel gas may not be limited to LPG gas and other fuel gas is sufficient as it. The control valve 52 for closing motion formed with the solenoid valve and the zero gas governor 53 are formed in the fuel gas installation way 50.

[0059] The control valve 23 which changes the flow rate of the oxygen containing gas per unit time amount (for example, oxygen content gas, air) into adjustable is formed in the oxygen containing gas installation way 18. Flowmeter 18x which detect the flow rate of the oxygen containing gas which flows the oxygen containing gas installation way 18 are prepared in the lower stream of a river of a control valve 23.

[0060] The control valve 24 which changes the flow rate of the inert gas per unit time amount into adjustable is formed in the inert gas installation way 21 as a control means.

[0061] According to this example, as shown in drawing 2, the burner is united with the carrier gas installation tubing 14 as a heating means to heat carrier gas.

[0062] It is mixed with a mixer 41 and the oxygen containing gas which flows the oxygen containing gas installation way 18, and the fuel gas of the fuel gas installation way 50 serve as the mixture of gas. The mixture of gas burns in the burner part of the carrier gas installation tubing 14 toward the carrier gas installation tubing 14 which serves as a burner. The inert gas of the inert gas installation way 21 is introduced into the carrier gas installation tubing 14 which serves as a burner, and is supplied to the furnace room 4 as carrier gas from the tip of the carrier gas installation tubing 14 with the combustion flame or combustion gas which burned.

[0063] As shown in drawing 2, in order to suppress that microwave advances into the carrier gas installation tubing 14, the electric shielding network 101 formed with the metal network which has thermal resistance is formed in the carrier gas installation tubing 14. Furthermore, the temperature sensor 60 which measures the temperature of carrier gas is formed in the carrier gas installation tubing 14. The temperature of the carrier gas which blows off in the furnace room 4 is detected by the temperature sensor 60, and the detection signal is inputted into the carrier gas temperature controller 61. The carrier gas temperature controller 61 controls a control valve 23, and adjusts the above-mentioned air content of the mixture of gas.

[0064] The sampling tubing 63 which samples the carrier gas which blows off from the tip of the carrier gas installation tubing 14 in the furnace room 4 is formed near the tip of the carrier gas installation tubing 14. The oxygen density of the carrier gas sampled with the sampling tubing 63 is measured by the oxygen analyzer 30. When the oxygen density of the carrier gas which blows off from the tip of the carrier gas installation tubing 14 is lower than the set point, the carrier gas oxygen controller 66 controls a control valve 24 to decrease whether the opening of the control valve 24 of the inert gas installation way 21 is closed, and reduces relatively the flow rate per unit time amount of the inert gas supplied to the carrier gas installation tubing 14, with raises the oxygen density of carrier gas relatively, and brings it close to the set point of an oxygen density.

[0065] On the other hand, when the oxygen density of the carrier gas measured by the oxygen analyzer 30 is higher than the set point, the carrier gas oxygen controller 66 controls a control valve 24 to make the opening of the control valve 24 of the inert gas installation way 21 increase, and makes the flow rate per unit time amount of the inert gas sent to the carrier gas installation tubing 14 increase relatively, with lowers the oxygen density of carrier gas relatively, and brings it close to the set point of an oxygen density.

[0066] As shown in drawing 2, the gas-temperature sensor 68 in a furnace which measures the temperature of the gas in a furnace of the furnace room 4 is formed. The signal measured by the gas-temperature sensor 68 in a furnace is inputted into the firing furnace temperature controller 69, and the firing furnace temperature controller 69 maintains the gas temperature in a furnace in a fixed region.

[0067] The same operation effectiveness as the example described above also in this example is acquired, and since the carrier gas which blows off from the carrier gas installation tubing 14 contains oxygen, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is performed. However, as compared with the case where only air is used for this carrier gas as carrier gas since the oxygen density is lower than air, combustion of the carbon and carbide resulting from an organic binder is controlled. For this reason, in the sintering process which is an important process carried out after the cleaning process which degreases an organic binder, it is controlled that carbon and carbide burn and it is controlled that a local rapid temperature rise occurs in a calcinated object.

[0068] Since carbon and carbide resulting from an organic binder are burned without generating a local rapid temperature rise in the calcinated object 3 also in this example as described above, the time amount of the cleaning process which removes an organic binder from a calcinated object can be shortened as a result.

[0069] In addition, this invention equipment and this invention approach are not limited only to the above-mentioned example, within limits which do not deviate from a summary, are changed suitably and can be enforced.

[0070]

[Effect of the Invention] As explained above, the oxygen density in a microwave firing furnace can be stopped by stopping the oxygen density of the carrier gas introduced in a microwave firing furnace according to this invention, and the early combustion of carbon or carbide resulting from an organic binder can be controlled. Therefore, it is advantageous to reducing the temperature gradient in a calcinated object. Thus, since the temperature gradient in a calcinated object can be reduced, the time amount which removes an organic binder from a calcinated object can be shortened as a result.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the block diagram showing the microwave firing furnace concerning an example.

[Drawing 2] It is the block diagram showing the microwave firing furnace concerning other examples.

[Drawing 3] It is the perspective view showing the example of a calcinated object.

[Description of Notations]

the inside of drawing, and 1 -- a furnace shell and 2 -- a heat insulator and 3 -- a calcinated object and 4 -- a furnace room and 5 -- a diffusion fan and 8 -- a microwave transmitter and 9 -- a waveguide and 14 -- carrier gas installation tubing and 17 -- an introductory path and 18 -- in an oxygen containing gas installation way and 23, an oxygen analyzer and 31 show a heater (heating means), and, as for a control valve (control means) and 21, 50 shows a fuel gas installation way, as for an inert gas installation way and 30.

[Translation done.]

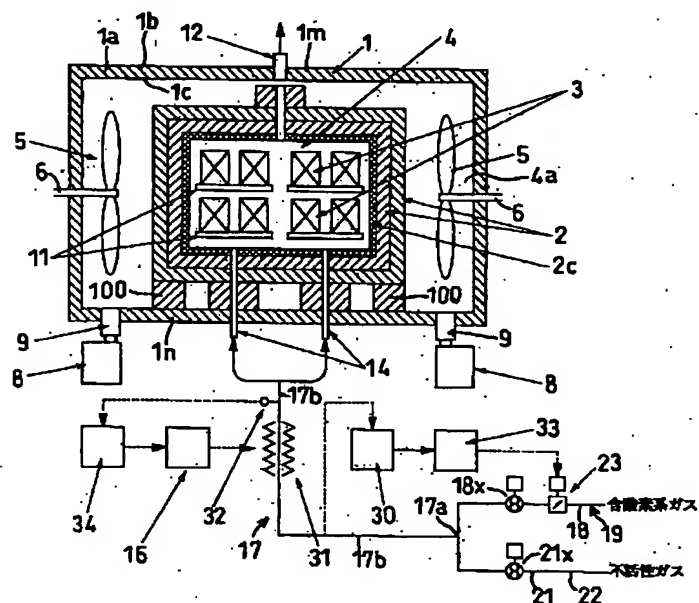
* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

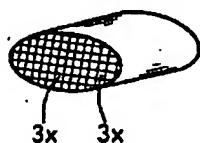
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Drawing 3]



[Drawing 2]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-302166

(P2003-302166A)

(43) 公開日 平成15年10月24日 (2003. 10. 24)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	サーチコード (参考)
F 2 7 B 5/04		F 2 7 B 5/04	4 K 0 6 1
C 0 4 B 35/64		5/14	4 K 0 6 3
P 2 7 B 5/14		5/16	
5/16		F 2 7 D 11/12	
F 2 7 D 11/12		C 0 4 B 35/64	F
		審査請求 未請求 請求項の数 8	OL (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-109129 (P2002-109129)

(22) 出願日 平成14年4月11日 (2002. 4. 11)

(71) 出願人 000004260

株式会社デンソー

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地

(71) 出願人 390008431

高砂工業株式会社

岐阜県土岐市駄知町2321番地の2

(72) 発明者 奥村 和夫

愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

(74) 代理人 100081776

弁理士 大川 宏

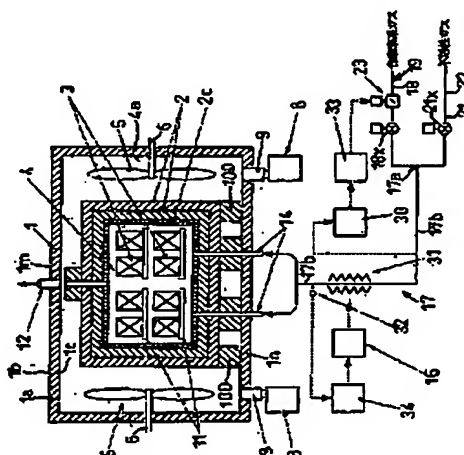
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 マイクロ波焼成炉およびマイクロ波焼成方法

(57) 【要約】

【課題】 マイクロ波焼成炉内における酸素濃度を抑え、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼成を抑制することができ、有機バインダーを被焼結物から除去する脱脂工程の時間を短縮化させるのに有利なマイクロ波焼成炉およびマイクロ波焼成方法を提供する。

【解決手段】 マイクロ波焼成炉は、マイクロ波加熱手段8、9を備え、且つ、有機バインダーを含む被焼結物3を収容する炉室4を備えている。キャリアガス導入管14から、酸素を含むと共に空気よりも酸素濃度が低く被焼結物3の有機バインダーの焼成を抑制するキャリアガスを導入する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】マイクロ波加熱手段を備え、且つ、有機バインダーを含む被焼成物を収容する炉室を備えたマイクロ波焼成炉であって、

酸素を含むと共に空気よりも酸素濃度が低く前記有機バインダーの燃焼を抑制するキャリアガスを導入するキャリアガス導入管を有することを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項2】請求項1において、酸素を含むと共に空気よりも酸素濃度が低く前記有機バインダーの燃焼を抑制するキャリアガスをキャリアガス導入管に供給するガス供給手段が設けられていることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項3】請求項1または請求項2において、少なくとも前記有機バインダーが分解または除去される温度域に前記キャリアガスを加熱する加熱手段が設けられていることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項4】請求項1～請求項3のいずれか一項において、前記キャリアガスが前記炉室内の被焼成物に接触する前に前記キャリアガスを加熱する加熱手段が設けられていることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項5】請求項1～請求項4のいずれか一項において、前記キャリアガスの酸素濃度は体積比で2%～16%に設定されていることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項6】請求項1～請求項5のいずれか一項において、前記キャリアガスの酸素濃度を可変に制御する制御手段が設けられていることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項7】請求項1～請求項6のいずれか一項において、前記キャリアガス導入管は、前記キャリアガスを燃焼させながら前記炉室内へ導入するバーナを兼ねることを特徴とするマイクロ波焼成炉。

【請求項8】有機バインダーを含む被焼成物をマイクロ波焼成炉の炉室内に収容して焼成するにあたり、少なくとも前記有機バインダーの燃焼または除去を行う温度域において、酸素を含むと共に酸素濃度が空気よりも低いキャリアガスを前記炉室内に導入することを特徴とするマイクロ波焼成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機バインダーを含むセラミックス材料等の被焼成物にマイクロ波を照射するマイクロ波焼成炉およびマイクロ波焼成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】有機バインダーを含む被焼成物の焼成方法は、昇温に伴って順次、被焼成物に含まれている有機バインダーを除去する脱脂工程と、その後、被焼成物を高温で加熱して焼結させる焼成工程とを有する。キャ

リアガスは被焼成物から発生した有機バインダーのガス化物などを排送するためのものであり、有機バインダーを被焼成物から除去する脱脂工程に必要であり、次工程である焼結工程では一般的には必要とされない。

【0003】ところで、食器やタイル等の通常のセラミックス材料として、成形性を高めるために粘土が使用される。また被焼成物に高強度を与えるファインセラミックス等のセラミックス材料では、成形性を高めるため、粘土に代わって有機バインダーが使用されることが多い。この場合、被焼成物に含まれている有機バインダーは、一般的には、加熱に伴って炭素や炭化物とガス化物とに分解する。炭化物は、被焼成物の素地内部に残留するが、ガス化物は一旦揮発して燃焼し、被焼成物の温度の低い部分が存在すると、被焼成物の表面でガス化物の一部が固化してしまうおそれがある。

【0004】焼成温度が上昇するにつれて、被焼成物の表面に固化した物質や、被焼成物内に残留した炭素や炭化物は燃焼し、脱バインダつまり脱脂は完了する。有機バインダーの分解は、一般的には、約170℃から始まって約450℃でほぼ完了と言われている。炭化物の燃焼は、一般的には、約450℃から始まって約600℃でほぼ完了する。

【0005】上記した有機バインダーは成形性を高め得るものの、加熱に伴って炭素や炭化物とガス化物とに分解するため、次のような不具合が発生しやすい。

【0006】1. 有機バインダーが分解して生成したガスは、燃焼する。この場合、燃焼した部分の温度が局部的に上昇し、被焼成物における温度差が大きくなり、クラックや変形等の不具合が被焼成物に発生することがある。

【0007】2. 有機バインダーが分解して生成したガスは、被焼成物の表面で固化し、これが要因となってクラックや変形等の不具合が被焼成物に発生することがある。

【0008】3. 被焼成物の素地内部に残留した炭素や炭化物が燃焼し、燃焼した部分の温度が局部的に上昇して被焼成物内の温度差が大きくなって、クラックや変形が被焼成物に発生する。

【0009】上記した不具合に対する対策としては、次の対策が挙げられる。

【0010】1. 一般的にマイクロ波を被焼成物に照射するマイクロ波加熱においては、他の加熱方式に比較して、被焼成物の外周面に比べて被焼成物の内部の温度が上昇しやすい傾向がある。このため、炉室を形成する炉壁のうち、被焼成物を収容する最も内壁を構成する耐火材質を、マイクロ波の吸収率が被焼成物と同等かもしくは被焼成物より大きな耐火材質とする。これにより、被焼成物を収容する最も内壁を構成する耐火材質からの放射熱を利用して、被焼成物の表面を加熱して、被焼成物の内部と表面との温度差を縮小する方法が採用されてい

る。

【0011】しかしながら、この対策だけでは、有機バインダーを除去する全温度域において、完全に被焼成物の温度差を無くすることは困難である。

【0012】2. 焼成炉の炉室にキャリアガスを導入する方法では、炉室内の被焼成物のうちキャリアガスと接触しやすい部分を冷却してしまうことから、被焼成物の温度差が大きくなってしまふ。このため、炉室内の温度と同程度に加熱されたキャリアガスを炉内に導入する方法が採られている。この方法では、有機バインダーが分解したガスをキャリアガスと共に炉外に排送できるため、有機バインダーが分解したガスが被焼成物の表面で固化してしまう不具合は解決できる。しかしながらキャリアガスが空気（酸素濃度：体積比で約21%）であると、被焼成物のうち空気が接触しやすい部分の焼成が促進されてしまふ。このため被焼成物の内部と表面との温度差が大きくなってしまふ不具合がある。

【0013】更にキャリアガスが窒素ガス等の不活性ガスである場合には、被焼成物内に残留する炭素や炭化物の焼成が不充分となり、炭素や炭化物の焼成による除去が困難となる。このため、有機バインダーの除去工程（脱脂工程という）の後工程である焼結工程において、炭素や炭化物が焼成して急激な温度上昇が発生してしまふ。重要工程である焼成工程における温度コントロールが十分にできなくなり、被焼成物のクラックや変形の要因となってしまうおそれ少なからずある。

【0014】以上の欠点を解消するためには、有機バインダーを被焼結物から除去する脱脂工程では、ゆっくりと昇温することが不可欠であり、結果として、昇温速度が早いマイクロ波加熱炉を利用する利点を必ずしも充分に発揮することができず、有機バインダーを被焼結物から除去する時間がかかってしまふ。

【0015】このような傾向は、特にハニカム形状のような表面積が大きく、見かけ体積の大きい被焼成物（例えば、排気ガス浄化触媒のハニカム触媒担体）を焼成したり、あるいは、薄い板状物の被焼成物を複数枚重ねて焼成するような場合のように、被焼成物の温度差が発生しやすい場合において、顕著に発生していた。

【0016】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記した事情に鑑みてなされたものであり、マイクロ波焼成炉内に導入するキャリアガスの酸素濃度を抑えることにより、マイクロ波焼成炉内における酸素濃度を抑え、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼成を抑制することができ、結果として、有機バインダーを被焼結物から除去する脱脂工程の時間を短縮化させるのに有利なマイクロ波焼成炉およびマイクロ波焼成方法を提供することを課題とするにある。

【0017】

【課題を解決するための手段】本発明に係るマイクロ波

焼成炉は、マイクロ波加熱手段を備え、且つ、有機バインダーを含む被焼成物を収容する炉室を備えたマイクロ波焼成炉であって、酸素を含むと共に空気よりも酸素濃度が低く有機バインダーの焼成を抑制するキャリアガスを導入するキャリアガス導入管を有することを特徴とするものである。

【0018】本発明に係るマイクロ波焼成方法は、有機バインダーを含む被焼成物をマイクロ波焼成炉の炉室内に収容して焼成するにあたり、少なくとも有機バインダーの焼成または除去を行う温度域において、酸素を含むと共に酸素濃度が空気よりも低いキャリアガスを炉室内に導入することを特徴とするものである。

【0019】キャリアガスは酸素を含むため、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼成が行われる。しかしこのキャリアガスは、空気よりも酸素濃度が低いため、空気のみをキャリアガスとして用いた場合に比較して、脱脂工程において、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼成が抑制される。このため、有機バインダーの脱脂工程の後に実施される重要工程である焼結工程において炭素や炭化物が焼成することを抑制し、被焼成物において局所的な急激な温度上昇が発生することが抑制される。このため本発明によれば、焼成工程における温度コントロールを良好に行うことができ、被焼成物のクラックや変形等を抑制できる。

【0020】即ち、被焼成物中に残留する炭素や炭化物は、キャリアガスの酸素濃度が高いと、激しく燃焼して急激に昇温してしまふ。そこで本発明によれば、キャリアガスに酸素を含ませつつも酸素濃度を低下させ、被焼成物のうち焼成の早い場所の焼成反応を抑制することによって、被焼成物中に発生する温度差が縮小される。

【0021】

【発明の実施の形態】本発明によれば、キャリアガス導入管は、酸素を含むものの酸素濃度が空気よりも低く有機バインダーの焼成を抑制するキャリアガスを炉室内に導入する。これにより被焼成物から発生した有機バインダーの蒸散成分などを炉外へ排送しつつ、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼成を抑制することができる。従って、本発明によれば、空気よりも酸素濃度が低く有機バインダーの焼成を抑制するキャリアガスをキャリアガス導入管に供給するガス供給手段が設けられている形態を採用することができる。ガス供給手段は、空気等の含酸素系ガスをキャリアガス導入管に供給する含酸素系ガス供給手段と、酸素を含まないか酸素濃度が低いガス（アルゴンガスまたは窒素ガス、窒素富化ガス）をキャリアガス導入管に供給する供給手段とを有することができる。

【0022】本発明によれば、少なくとも有機バインダーが分解または除去される温度域にキャリアガスを加熱する加熱手段が設けられている形態を採用することができる。加熱手段としては加熱方式は特に限定されず、電

気ヒータ、バーナなどを採用することができる。バーナはキャリアガス導入管と別体とすることも、一体化することもできる。

【0023】本発明によれば、キャリアガスが炉室内の被焼成物に接触する前にキャリアガスを加熱する加熱手段が設けられている形態を採用することができる。加熱手段としては、前述同様電気ヒータ、バーナなどを用いることができる。また、本発明によれば、キャリアガス導入管は、キャリアガスを加熱させながら炉室内へ導入するバーナを兼ねる形態を採用することができる。

【0024】本発明によれば、キャリアガスの酸素濃度は、体積比で0.5～16%、殊に2%～16%に設定されている形態を採用することができる。酸素濃度が過剰に低いと、炭素や炭化物の焼成が遅延する。酸素濃度が過剰に高いと、炭素や炭化物の焼成が早すぎ、被焼成物の局所的な温度上昇を発生させ易い。上記した点を考慮して、キャリアガスの酸素濃度としては体積比で2～16%が好ましく、キャリアガスの酸素濃度を体積比で2～10%、3%～15%、4～14%に必要に応じて設定することができる。

【0025】本発明によれば、被焼成物から有機バインダーを除去する脱脂工程の進行につれて、キャリアガスの酸素濃度を変化させることができる。具体的には、被焼成物から有機バインダーを除去する脱脂工程が進行するにつれて、キャリアガスの酸素濃度を低下させることができる。この場合、被焼成物の構造強度が弱いとき、炭素や炭化物の焼成速度が遅延させ、積炭として発生する被焼成物の収縮速度を遅くすることから、クラックや変形に対する安全率の向上を図り得る利点が得られる。

【0026】また逆に、被焼成物から有機バインダーを除去する脱脂工程が進行するにつれて、キャリアガスの酸素濃度を増加させることができる。この場合、被焼成物中の炭素成分の減少により、被焼成物に対する熱負荷が下がったぶん、酸素濃度の増加が可能で、これは昇温速度の向上につながり、全体として焼成時間の短縮を図ることができる利点が得られる。

【0027】本発明によれば、キャリアガスの酸素濃度を可変に制御する制御弁などの制御手段が設けられている形態を採用することができる。制御手段としては、空気等の含酸素系ガスをキャリアガス導入管に供給する含酸素系ガス供給手段の単位時間当たりの供給流量、酸素を含まないか酸素濃度が低いガス（アルゴンガスまたは窒素ガス、窒素富化ガス）をキャリアガス導入管に供給する供給手段の単位時間当たりの供給流量のうちの少なくとも一方を制御する方式を採用することができる。図3は、被焼成物の一例を示し、排気ガス浄化触媒の触媒担体であり、多数の細孔3xをもち、表面積が非常に大きくされている。なお被焼成物は触媒担体に限定されるものではなく、他のものでも良い。

【0028】

【実施例】以下、本発明の実施例について図1を参照して具体的に説明する。図1は焼成炉を示す。炉殻1は二重構造で構成されたステンレス鋼板1b、1cと、二重構造のステンレス鋼板1b、1c間に配置された耐火材の断熱材1aとを有する。焼成炉の図示していない側面にドアが設けられており、炉室4に対する被焼成物3の入れ替えを行う。炉殻1の中央部には焼成室としての炉室4が形成されている。炉室4を区画する断熱材2は、マイクロ波の吸収率が低い炉材で形成されている。この断熱材2は、炉殻1の底部1n上に設置されたマイクロ波の吸収率が低い材料（多孔性のアルミナ質）で形成された耐火材100上に配置されている。

【0029】炉殻1の側壁と炉室4との間の空間4aには、放散手段としての放散ファン5が設けられている。放散ファン5のシャフト6は炉殻1を貫いた状態で設置されている。

【0030】前記空間4aには炉外のマイクロ波発信器8から延びる導波管9が設けられている。導波管9はマイクロ波を照射するものである。なお、マイクロ波は、炉室4のマイクロ波の吸収率の低い断熱材2を透過して被焼成物6に照射される。

【0031】炉室4を形成するマイクロ波の吸収の悪い断熱材2は、複数層で形成されており、内部に向かって耐火性の高い材質で構成されている。断熱材の最も内側の層2cは、マイクロ波の吸収性が被焼成物3と同等もしくはそれ以上の耐火材（内面ライニング材）で構成されている。

【0032】炉室4の内部に設けられた保持手段としての耐火性の棚板11上には、複数または単数の被焼成物3が積載されている。炉殻1の天井部1mには、炉殻1の外部に通じる炉内ガス排出口12が設けられている。炉殻1の底部1nには、炉殻1の外部に通じるキャリアガス導入管14が複数個設けられている。キャリアガス導入管14の先端は炉室4に連通している。炉室4の炉内温度制御は、炉室4内に設けられた図略の温度センサからの検知温度に基づいて、コントローラによって測定値と設定値とを比較演算され、その偏差信号によってマイクロ波発信器8の出力を制御し、ひいては導波管9から照射されるマイクロ波による加熱出力を制御する。マイクロ波発信器8及び導波管9はマイクロ波加熱手段を構成する。

【0033】図1に示すように、キャリアガス導入管14は、炉殻1の底部に設けられている。キャリアガス導入管14にキャリアガスを導入する導入経路17は、含酸素系ガスを供給する含酸素系ガス導入路18を有する供給手段19と、不活性ガス（窒素ガス、アルゴンガス）を供給する不活性ガス導入路21を有する供給手段22とをもち、含酸素系ガス導入路18には制御弁23が設けられ、制御弁23の下流には、含酸素系ガス導入路18を流れる含酸素系ガス（空気など）の流量を検知

する流量計18xが設けられている。不活性ガス導入路21には制御弁が設けられていないが、不活性ガス導入路21を流れる不活性ガスの流量を検知する流量計21xが設けられている。

【0034】導入経路17において、含酸素系ガス導入路18からの含酸素系ガス（空気など）と、不活性ガス導入路21からの不活性ガスは台流部17aで合流し、台流経路17bとなってキャリアガス導入管14へと繋がっている。台流経路17bの途中を流れるキャリアガスの酸素濃度のサンプリングを行う酸素計30（キャリアガス酸素濃度測定手段）、台流経路17bを流れるキャリアガスを加熱するヒータ31（加熱手段）、台流経路17bを流れるキャリアガスの温度を検知する温度センサ32（キャリアガス温度検知手段）が設けられている。

【0035】（キャリアガスにおける酸素濃度の制御）台流経路17bを流れるキャリアガスは、酸素計30でサンプリングされる。即ち、台流経路17bを流れるキャリアガスは酸素計30で酸素濃度が測定される。酸素濃度の設定値と酸素濃度の測定値とが酸素コントローラ33によって、比較演算され、その偏差信号に基づいて含酸素系ガス経路18の制御弁23が作動される。従って制御弁23はキャリアガスの酸素濃度を可変とする制御手段として機能することができる。即ち、台流経路17bを流れるキャリアガスの酸素濃度が目標濃度よりも低いときには、制御弁23の開度を増加させ、炉室4に導入されるキャリアガスの酸素濃度を高める。一方、台流経路17bを流れるキャリアガスの酸素濃度が目標濃度よりも高いときには、制御弁23の開度を減少または閉じ、炉室4に導入されるキャリアガスの酸素濃度を低下させる。これによりキャリアガス導入管14により炉室4に吹き込まれるキャリアガスの酸素濃度を一定値または一定域に保つ構成となっている。

【0036】（キャリアガスの温度の制御）台流経路17bを流れるキャリアガスの温度信号を温度センサ32が測定する。そして、台流経路17bを流れるキャリアガスの温度に関する測定値と設定値とを温度コントローラ34と比較演算し、その偏差信号に基づいてインバータ16を介してヒータ31の加熱出力を制御させる。

【0037】即ち、台流経路17bを流れるキャリアガスの温度が目標温度よりも低いときには、ヒータ31による加熱出力を増加させ、キャリアガスの温度を高める。一方、台流経路17bを流れるキャリアガスの温度が目標温度よりも高いときには、ヒータ31の加熱出力を低下させるかオフとし、キャリアガスの温度を低下させる。これによりキャリアガス導入管14から炉室4に吹き込まれるキャリアガスの温度を一定値または一定域に保つ構成となっている。

【0038】炉室4の炉内温度と同一の温度にキャリアガスの温度を維持する場合には、前記した炉内温度コン

ローラ（図示せず）の設定値と、温度コントローラ34との設定値とを同一または近似させればよい。キャリアガスが炉室4内に到達するまでの温度降下が激しい場合には、キャリアガスの温度の降下量を見込んで、温度コントローラ34の設定値に余裕を持たせればよい。

【0039】キャリアガスの酸素濃度は、焼結成物3に含まれる有機バインダの量や、焼結成物3の大きさや、焼結成物3の熱的な特性によって異なり、条件によって適宜変更すればよい。即ち、キャリアガスの酸素濃度は体積比で例えば2%～16%の範囲内で変更することができる。

【0040】以上の説明から理解できるように本実施例によれば、キャリアガスは酸素を含むため、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼結が行われる。しかしこのキャリアガスは、空気よりも酸素濃度が低いため、空気のみをキャリアガスとして用いた場合に比較して、脱脂工程において、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の焼結が抑制される。即ち脱脂工程では、焼結成物3において局所的な急激な温度上昇を発生させることなく、有機バインダーに起因する炭素や炭化物を焼結させることができる。このため結果として、有機バインダーを焼結成物3から除去する脱脂工程の時間を短縮化させることができる。

【0041】なお、図1に示す実施例の場合、不活性ガス導入路21には制御弁が設けられていない。本実施例では、キャリアガス導入管14に単位時間当たり供給される不活性ガスは一定または一定域とし、含酸素系ガス導入路18を流れる単位時間当たりの含酸素系ガスの流量を制御弁23により制御しているが、これに限られるものではない。即ち、含酸素系ガス導入路18を流れる含酸素系ガスの単位時間当たりの流量を一定または一定域にし、不活性ガス導入路21に図略の制御弁を設け、不活性ガス導入路21を流れる不活性ガスの単位時間当たりの流量を可変に制御してもよい。

【0042】更に、流量の絶対値が重要な場合には、含酸素系ガス導入路18及び不活性ガス導入路21の双方に制御弁23を設け、含酸素系ガス導入路18を流れる含酸素系ガス（空気など）の単位時間当たりの流量を可変に制御すると共に、不活性ガス導入路21を流れる不活性ガスの単位時間当たりの流量を可変に制御してもよい。

【0043】尚、予め酸素濃度が所望の酸素濃度に設定されたガスを使用する場合は、上記したような酸素濃度の制御は不要とすることもでき、酸素濃度が抑えられたガスを吹き出す含酸素系ガス導入路18だけの制御とすることもできる。

【0044】（試験例）図1に示すマイクロ波焼成炉を用いて試験例を行った。この試験例では、焼結成物3を焼結する温度は1400℃である。しかし700℃までの焼成過程において、焼結成物3に生じるクラックや変

10

20

30

40

50

形等の欠陥が判明できるから、本試験例では700℃までの加熱を行った。

【0045】この試験例においては、図1に示すマイクロ波焼成炉を用いた。炉室4を構成する断熱材の最内側の層2cは、SiCを含むコーティング材を断熱材の表面にコーティングした材料とした。この試験例においては、焼焼成物3としては、直径がφ103mm、高さが130mm、セルピッチ0.85mm、セル厚み0.06mm、材質はコージライト質のハニカム形状物を用いた。焼焼成物3は排気ガス浄化触媒に使用されるセラミックス触媒担体である。

【0046】この試験例においては、キャリアガスとし*

*て、空気と窒素との混合ガスを用い、キャリアガスの酸素濃度を体積比で0.5%~16%の範囲内で種々制御した。更にキャリアガスの酸素濃度を16%を超える場合についても試験を行った。そして、常に炉内温度と同等の温度にまで加熱した空気を炉室4内へ導入した。この試験例においては、昇温速度としては、室温~700℃までをリニアに昇温させた。キャリアガスの酸素濃度を変化させたときの試験結果は、表1に示すとおりであった。

【0047】

【表1】

	キャリアガスの酸素濃度 (%)	700℃まで欠陥が生じない加熱時間 (h)	素地中の炭素	評価
①	0.5~2	8	若干認められる	○
②	2~4	4	認められず	◎
③	4~6	3	認められず	◎
④	8~10	4.5	認められず	◎
⑤	14~16	6.5	認められず	◎

【0048】表1に示すように、キャリアガスの酸素濃度が体積比で0.5~2%未満であるとき、キャリアガスの酸素濃度が2~4%未満であるとき、キャリアガスの酸素濃度が4~6%であるとき、キャリアガスの酸素濃度が8~10%であるとき、キャリアガスの酸素濃度が14~16%であるときのいずれにおいても、脱脂工程は良好であった。但し、キャリアガスの酸素濃度が2%未満では、試験結果は良好であったが、焼焼成物3の素地中の炭素が若干認められ、炭素の除去に時間が必要となり、脱バインダの時間が長くなってしまふ。キャリアガスの酸素濃度が16%を超えると、酸素濃度が2~16%の場合に比較して、比較例に示す状態に近くなって顕著な効果は期待できなかった。

【0049】表1に示すように、キャリアガスの酸素濃度が体積比で0.5~2%未満であるときには、加熱時間を8時間とすれば、焼焼成物に欠陥が生じなかった。キャリアガスの酸素濃度が体積比で2~4%であるときには、加熱時間を4時間とすれば、焼焼成物に欠陥が生じなかった。キャリアガスの酸素濃度が体積比で4~6%であるときには、加熱時間を3時間とすれば、焼焼成物に欠陥が生じなかった。キャリアガスの酸素濃度が体積比で8~10%であるときには、加熱時間を4.5時間とすれば、焼焼成物に欠陥が生じなかった。キャリアガスの酸素濃度が体積比で14~16%であるときに

は、加熱時間を6.5時間とすれば、焼焼成物に欠陥が生じなかった。上記した試験結果を考慮すれば、加熱時間の短縮化を図りつつ、焼焼成物の欠陥を抑えるためには、キャリアガスの酸素濃度が体積比で2~16%が好ましい。殊に2~10%が好ましいといえる。

【0050】尚、アルミナ基板等のように薄板状物を重ねて焼成する場合には、厚み(重ねた状態)によって通ずるキャリアガス酸素濃度がある。板状物を5枚積み重ねた場合には、キャリアガスの酸素濃度は12%~16%で最も効果が得られた。板状物を積み重ねる場合には、厚みが増すことで焼成物に含まれているバインダ量が多くなる。そのため過度のバインダの分解速度を抑えるため、キャリアガスの酸素濃度を低くすることが有効であるものと推察される。なお、板状物を10枚積み重ねた場合には、キャリアガスの酸素濃度は4%~6%程度で最も効果が得られた。

【0051】(比較例)比較例では、図1に示すマイクロ波焼成炉を用い、炉室4を構成する断熱材の最内側の層2cは、SiCを含むコーティング材を断熱材の表面にコーティングした。更に比較例では、キャリアガスとして、空気(体積比で酸素濃度:約21%)とし、常に炉内温度と同等の温度にまで加熱した空気を炉内へ導入した。焼焼成物3としては、上記した試験例と同様とした。昇温速度も上記した試験例と同様とした。焼成時間

としては、15時間から順次焼成時間を短縮した。
 【0052】比較例の試験結果としては、表2に示すように、脱脂工程において加熱時間が15時間、12時間では、クラック発生率は0%であり、焼成物のクラックや変形が発生しなかった。しかしながら比較例では、加熱時間が12時間より短くなると、ハニカム担体の上面もしくは下面に小さなクラックが発生した。例えば、加熱時間が10時間では、クラック発生率は2%と増加し、ハニカム担体の上面もしくは下面に小さなクラックが発生していた。

*10

比較例			
	キャリア ガスの酸素 濃度 (%)	700℃まで 欠陥が発生しない 加熱時間 (h)	クラック 発生率 (%)
①	21	15	0
②	21	12	0
③	21	10	2

【0056】(その他)図1に示す実施例では、キャリアガスを加熱する加熱手段として電気式のヒータ31を用いたが、これに限られるものではなく、バーナで焼成させる方式を用いてもよい。

【0057】図2に示す実施例は前記した実施例と基本的には同様の構成である。この実施例においても、キャリアガス導入管14へキャリアガスを導入する導入経路は、含酸素系ガス(空気等)を供給する含酸素系ガス導入路18を有する供給手段19と、不活性ガス(窒素ガス、アルゴンガス)を供給する不活性ガス導入路21を有する供給手段22と、燃料ガス(例えばLPGガス)を供給する燃料ガス導入路50を有する供給手段51とをもつ。

【0058】燃料ガスはLPGガスに限定されるものではなく、他の燃料ガスでも良い。燃料ガス導入路50には、電磁弁で形成された開閉用の制御弁52、ゼロガバナ53が設けられている。

【0059】含酸素系ガス導入路18には、単位時間当たりの含酸素系ガス(例えば酸素含有ガス、空気)の流量を可変に変更する制御弁23が設けられている。制御弁23の下流には、含酸素系ガス導入路18を流れる含酸素系ガスの流量を検知する流量計18xが設けられている。

【0060】不活性ガス導入路21には、単位時間当たりの不活性ガスの流量を可変に変更する制御弁24が制御手段として設けられている。

【0061】本実施例によれば、図2に示すように、キャリアガスを加熱する加熱手段としてバーナはキャリアガス導入管14と一体化されている。

*【0053】以上の説明から理解できるように、従来では有機バインダーの熱処理を長時間を行っていたが、大幅に短縮できるようになった。

【0054】尚、有機バインダーを除去する脱脂工程中の酸素濃度は常に一定にしくなくても、有機バインダーの特性に応じて最適な酸素濃度に順次切り替えることも可能である。

【0055】

【表2】

【0062】含酸素系ガス導入路18を流れる含酸素系ガスと、燃料ガス導入路50の燃料ガスとは、ミキサ41で混合されて混合気体となる。混合気体は、バーナを兼ねるキャリアガス導入管14に向かい、キャリアガス導入管14のバーナ部分で焼成する。不活性ガス導入路21の不活性ガスは、バーナを兼ねるキャリアガス導入管14に導入され、焼成された焼成灰または焼成ガスと共にキャリアガス導入管14の先端からキャリアガスとして炉室4に供給される。

【0063】図2に示すように、キャリアガス導入管14内にマイクロ波が進入することを抑えるために、耐熱性を有する金属網で形成された遮蔽網101がキャリアガス導入管14内に設けられている。更にキャリアガスの温度を測定する温度センサ60は、キャリアガス導入管14内に設けられている。炉室4に吹き出されるキャリアガスの温度は温度センサ60によって検知され、その検知信号はキャリアガス温度コントローラ61に入力される。キャリアガス温度コントローラ61は、制御弁23を制御し、上記した混合気体の空気量を調整する。

【0064】キャリアガス導入管14の先端から炉室4に吹き出されるキャリアガスをサンプリングするサンプリング管63は、キャリアガス導入管14の先端付近に設けられている。サンプリング管63でサンプリングされたキャリアガスの酸素濃度は、酸素計30で測定される。キャリアガス導入管14の先端から吹き出されるキャリアガスの酸素濃度が設定値よりも低いときには、キャリアガス酸素コントローラ66は、不活性ガス導入路21の制御弁24の開度を閉じるか減少させるように制御弁24を制御し、キャリアガス導入管14に供給する

不活性ガスの単位時間当たりの流量を相対的に低減させ、以てキャリアガスの酸素濃度を相対的に高めて、酸素濃度の設定値に近づける。

【0065】これに対して、酸素計30で測定したキャリアガスの酸素濃度が設定値よりも高いときには、キャリアガス酸素コントローラ66は、不活性ガス導入路21の制御弁24の開度を増加させるように制御弁24を制御し、キャリアガス導入管14に送る不活性ガスの単位時間当たりの流量を相対的に増加させ、以てキャリアガスの酸素濃度を相対的に低め、酸素濃度の設定値に近づける。

【0066】図2に示すように、炉室4の炉内ガスの温度を測定する炉内ガス温度センサ68が設けられている。炉内ガス温度センサ68で測定された信号は、焼成炉温度コントローラ69に入力され、焼成炉温度コントローラ69は炉内ガス温度を一定域に維持する。

【0067】本実施例においても前記した実施例と同様の作用効果が得られ、キャリアガス導入管14から吹き出されるキャリアガスは酸素を含むため、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の燃焼が行われる。しかしこのキャリアガスは、空気よりも酸素濃度が低いため、空気のみをキャリアガスとして用いた場合に比較して、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の燃焼が抑制される。このため、有機バインダーを脱脂する脱脂工程の後に実施される重要工程である焼結工程において、炭素や炭化物が燃焼することが抑制され、焼結成物において局部的な急激な温度上昇が発生することが抑制される。

【0068】上記したよう本実施例においても、焼結成物3において局部的な急激な温度上昇が発生させること*

*なく、有機バインダーに起因する炭素や炭化物を燃焼させるため、結果として、有機バインダーを焼結成物から除去する脱脂工程の時間を短縮化させることができる。

【0069】なお本発明装置及び本発明方法は上記した実施例のみに限定されるものではなく、要旨を逸脱しない範囲内で適宜変更して実施できるものである。

【0070】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、マイクロ波焼成炉内に導入するキャリアガスの酸素濃度を抑えることにより、マイクロ波焼成炉内における酸素濃度を抑え、有機バインダーに起因する炭素や炭化物の早期燃焼を抑制することができる。故に、焼結成物における温度差を低減させるのに有利である。このように焼結成物における温度差を低減させることができるため、結果として、有機バインダーを焼結成物から除去する時間を短縮化させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例に係るマイクロ波焼成炉を示す構成図である。

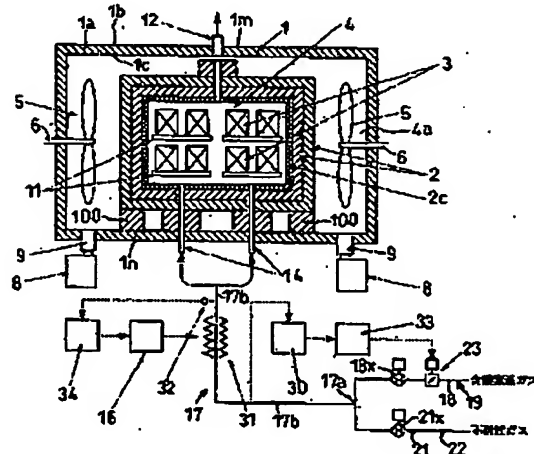
【図2】他の実施例に係るマイクロ波焼成炉を示す構成図である。

【図3】焼結成物の例を示す斜視図である。

【符号の説明】

図中、1は炉殻、2は断熱材、3は焼結成物、4は炉室、5は拡散ファン、8はマイクロ波発振器、9は導波管、14はキャリアガス導入管、17は導入経路、18は含酸素系ガス導入路、23は制御弁（制御手段）、21は不活性ガス導入路、30は酸素計、31はヒータ（加熱手段）、50は燃料ガス導入路を示す。

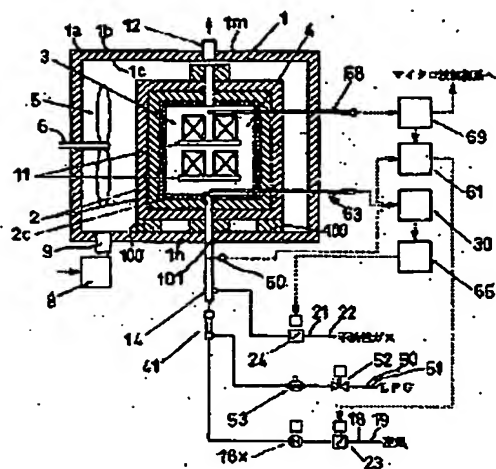
【図1】



【図3】



【圖2】



(72)発明者 藤橋 章
岐阜県土岐市駄知町2321番地の2 高砂工
業株式会社内

(72)発明者 西尾 彰
岐阜県土岐市駄知町2321番地の2 高砂工
業株式会社内
Fターム(参考) 4K061 AA03 BA09 DA05 FA11
4K063 AA06 AA12 AA15 BA04 CA03
CA06 FA32

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.